



⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Patentschrift  
⑯ DE 195 04 316 C1

⑯ Int. Cl. 8:  
D 01 D 5/06

DE 195 04 316 C1

⑯ Aktenzeichen: 195 04 316.2-26  
⑯ Anmeldetag: 10. 2. 95  
⑯ Offenlegungstag: —  
⑯ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 1. 8. 96

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑯ Patentinhaber:  
Bayer Faser GmbH, 41539 Dormagen, DE  
⑯ Vertreter:  
Drope, R., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.-Ass., 50767  
Köln

⑯ Erfinder:  
Reinehr, Ulrich, Dipl.-Chem. Dr., 41539 Dormagen,  
DE; Türck, Günter, Dipl.-Chem. Dr., 41539 Dormagen,  
DE; Sehm, Tilo, Dipl.-Ing., 40591 Düsseldorf, DE;  
Anderheggen, Wolfgang, Dipl.-Ing., 41539  
Dormagen, DE; Herberz, Toni, 41540 Dormagen, DE;  
Antolini, Gino, Dipl.-Chem. Dr., Sorisole, IT  
⑯ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:  
DE 42 22 772 A1  
GB 11 03 564  
US 36 99 205  
US 35 26 689  
DE-Buch: Bela von Falkai: Synthesefasern, Verlag  
Chemie, 1981, S. 183 + 184;  
DE-Z: Chemiefasern/Textilindustrie, Juni 1994,  
S. 394;

⑯ Verfahren zur Herstellung von mehrfäden, naßgesponnenen Elastanfäden

⑯ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von  
mehrfäden, naßgesponnenen Elastanfäden mit erhöhter  
Spinnleistung, die dadurch erreicht wird, daß die Filamente  
nach dem Verlassen des Fällbades weitgehend von Schlepp-  
wasser befreit werden und anschließend auf mindestens  
zwei Rollen bei mindestens 200°C über mindestens 3  
Sekunden fixiert werden.

DE 195 04 316 C1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von mehrfäden, naßgesponnenen Elastanfäden mit hoher Spinnleistung. Elastanfäden werden derzeit hauptsächlich nach Trocken- und Naßspinverfahren erzeugt.

5 Weltweit werden ca. 90% der Elastanfäden nach der Trockenspinntechnik hergestellt. Ein wesentlicher Grund hierfür ist u. a. die im Vergleich zur Naßspinntechnik deutlich höhere Spinngeschwindigkeit, die auch zu einer höheren Spinnleistung pro Spindüse führt. Dies gilt besonders für den Bereich feinerer Titer im Bereich kleiner 10 80 dtex. So lassen sich beim Trockenspinnen Elastanfäden, je nach Titer, ohne weiteres mit einer Spinngeschwindigkeit von ca. 200 bis 600 m/min herstellen, während beim Naßspinnen eine Geschwindigkeit von etwa 3 bis 15 30 m/min üblich ist (vgl. Bela von Falkai "Synthesefasern", Verlag Chemie, Weinheim, 1981, Polyurethan-Elastomerasen, Spinnverfahren, Seite 183).

Bei den Naßspinverfahren haben sich nur zwei Verfahren industriell durchgesetzt. Bei dem sogenannten "Fadenscharverfahren" von T.V. Peters (entsprechend der Patentschrift US 3 699 205) benutzt man nach dem Spinnbad mehrere Extraktionsbäder zum Auswaschen des Spinnlösungsmittels. Anschließend werden die Fäden nach sanfter Walzentrocknung über einen Kalandier in einem großen Trommeltrockner in zwei Stufen fixiert, gekühlt, präpariert und auf Spulen gewickelt. Wie F. Fourné in Chemiefasern/Textilindustrie 44/96 Jahrgang, Juni 1994, Seite 394 mitteilt, hat dieses Verfahren inzwischen aus mehreren Gründen an Bedeutung verloren. Einer der Gründe ist, wie schon erwähnt, die niedrigere Spinnleistung pro Düse gegenüber dem Trockenspinnverfahren. Hinzu kommt, daß infolge der großen Fadenlänge von ca. 90 bis 100 m, von der Düse ausgehend, bis 20 zum Wickler sich Fadenführung und Fixierung sehr schwierig gestalten. Es kommt häufig zum Stillstand der ganzen Produktionsanlage verursacht durch Fadenabrisse und Wickelbildung, hauptsächlich im Bereich der Fixierung.

In einem weiter bekannt gewordenen und industriell angewandten Naßspinverfahren (vgl. B. v. Falkai, Synthesefasern 1981, Seite 184, Tabelle 8) werden Elastanfäden in ein ca. 60 cm langes Spinnbad koaguliert, mit heißem Wasser gewaschen und die Fäden über eine Rolle getrocknet (siehe auch Beispiel 1 der Patentschrift US 35 26 689). Anschließend wird präpariert und auf Spulen gewickelt. Das Verfahren besticht durch seinen geringen Raumbedarf im Vergleich zum Fadenscharverfahren. Ferner wird wie in den Beispielen 1 bis 4 der Patentschrift belegt, eine Spinngeschwindigkeit von bis zu 91,5 m/min für die Titer 157 bzw. 440 dtex erreicht.

In der Patentschrift GB 1 103 564 wird ebenfalls ein Verfahren zur Herstellung von Spandexfäden unter 25 Anwendung einer Streckstufe beschrieben. Bei dem dort beschriebenen Verfahren handelt es sich nicht um ein übliches Naßspinverfahren, sondern um das sogenannte Reaktivspinnverfahren bei dem ein Isocyanat-haltiges Prepolymer mit aliphatischen Polyaminen zu Elastanfäden in einem Fällbad umgesetzt wird. Gemäß der Patentschrift erhält man Elastanfäden mit höherer Festigkeit, wenn man die Fäden vor dem vollständigen Ablauf der Fadenbildung nach dem Spinnbad über Rollen an der Luft um mindestens 25% verstreckt, anschließend wäscht, 30 trocknet und relaxiert. Wie sich aus den in GB 1 103 564 beschriebenen Beispielen (Beispiele 6 und 7) ersehen läßt, werden dabei jedoch nur geringe Spinnleistungen erzielt (Beispiel 6, Spinnleistung pro Düse = 163 g/h; Beispiel 7, Spinnleistung pro Düse = 168,5 g/h). In allen Beispielen wird nur aus einer Düse mit maximal 40 Düsenlöchern gesponnen. Ein Grund hierfür dürfte die schwierige Prozeßführung und Fadenbildung beim Reaktivspinnprozeß sein, wobei der Faden im Fällbad nach der Isocyanat-Amin-Reaktion zunächst nur eine 35 feste Außenhaut bildet und das Fadeninnere erst nach der Aushärtung mit Wasser oder Alkohollösungen zur 40 endgültigen Fadenstruktur verfestigt wird.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ausgehend von dem bekannten Naßspinprozeß bei einem Verfahren zur Herstellung von Elastanfäden eine deutliche Leistungssteigerung sowohl pro Spindüse als auch über die Anzahl der Spinnstellen pro Fällbad zu erreichen und dabei dennoch eine kontinuierliche, betriebssichere Fahrweise zu ermöglichen.

45 Die Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung mehrfädeniger, naßgesponnener Elastanfäden mit den Schritten: Spinnen einer bis zu 35 gew.-%igen Elastanlösung in ein Fällbad, Waschen, gegebenenfalls Strecken, Trocknen, Fixieren, gegebenenfalls Präparieren und Wickeln der Fäden bevorzugt für den Titerbereich bis 2500 dtex, wobei die Verfahrensschritte Strecken, Fixieren und Präparieren untereinander 50 vertauscht sein können, bei einer Spinngeschwindigkeit von bis zu 200 m/min, und wobei die mehrfädenigen Filamente beim Verlassen des Fällbades um eine Umlenkrolle geführt werden, die knapp oberhalb der Fällbadflüssigkeit angeordnet ist, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man

55 a) die mehrfädenigen Filamente vor Verlassen der Waschvorrichtung in Richtung Trocknung bzw. Fixierung mit einer Abquetschrolle von Schleppwasser befreit, die auf einer Rolle der Waschvorrichtung anliegt,  
 b) die Trocknung bzw. Fixierung der Fäden über mindestens zwei Rollen vornimmt, wobei  
 c) die Temperatur mindestens einer dieser Rollen größer oder gleich 200°C und  
 d) die Kontaktzeit zwischen Faden und beheizter Rolle, je nach Titer der Fäden und Temperatur, mindestens 3 Sekunden beträgt.

60 Bevorzugt werden Elastanfäden mit einem Endtiter von 22 bis 1680 dtex hergestellt.

In einer bevorzugten Variante der Erfindung setzt man eine Abquetschrolle beim Waschprozeß mit einem Material der Shorehärte von 60 bis 80 bei einem Anpreßdruck von wenigstens 1,5 N/cm Rollenbreite ein.

Bevorzugtes Spinnlösungsmittel ist Dimethylacetamid (DMAC) und bevorzugte Fällbadflüssigkeit ist eine 65 Mischung aus Wasser und DMAC im Gewichtsverhältnis von 75 bis 95 Gew.-% Wasser zu 5 bis 25 Gew.-% DMAC.

Mit Hilfe des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es möglich die Spinnleistung pro Spindüse um mehr als 50% gegenüber dem im Stand der Technik bekannten Verfahren (siehe US-Patentschrift 3 526 689) zu erhöhen,

insbesondere wenn man eine Rollentemperatur von 220 bis 270°C, bevorzugt von 240 bis 250°C anwendet. Bei Versuchen hat sich ferner gezeigt, daß die Fixierzeit zur Erzielung optimaler Fadendaten von der Rollentemperatur abhängig ist. Je höher die Rollentemperatur ist, um so kürzer ist die notwendige Kontaktzeit. Während z. B. für den Titer 160 dtex bei einer Rollentemperatur von 215 bzw. 225°C auf den beiden Rollen ca. 12 Sekunden ausreichen um die Fadenfestigkeit von 0,95 cN/dtex zu realisieren (vgl. Tabelle 2, Beispiel 2), verkürzt sich die Kontaktzeit auf ca. 3 Sekunden bei 250°C Rollentemperatur (vgl. Tabelle 2, Beispiel 7). Eine zu lange Kontaktzeit der Elastanfäden auf den Rollen führt andererseits wiederum zu Festigkeitsverlusten. So nimmt beispielsweise die Festigkeit von Elastanfäden vom Titer 160 dtex von 0,95 auf 0,68 cN/dtex ab, wenn man bei 215 und 225°C Rollentemperatur auf den zwei Rollen 33 Sekunden lang statt 12 Sekunden verweilt (vgl. Tabelle 2, Beispiel 3). Ganz allgemein kann man sagen, daß für feine bis mittlere Titer bis etwa 650 dtex für eine Rollentemperatur von 240°C eine Kontaktzeit bis etwa 12 Sekunden bei größeren Titern bis etwa 1684 dtex eine Kontaktzeit bis ca. 20 Sekunden vollkommen ausreichen, um gute Fadendaten zu erzielen (vgl. Tabelle 1).

In einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung bieten sich mehrere Möglichkeiten zur Trocknung und Fixierung von Elastanfäden auf mindestens 2, vorzugsweise 4 Rollen an. In den Fig. 1a bis 1d sind einige Möglichkeiten wiedergegeben. Während Fig. 1a eine Fixieranordnung aus dem Stand der Technik darstellt, sind in den Fällen Fig. 1b bis Fig. 1d abweichende Anordnungen von Trockner-/Fixierrollen mit und ohne Beilaufrollen angegeben. Besonders bevorzugt werden die Ausführungsformen entsprechend den Fig. 1b oder 1d im erfundungsgemäße Verfahren eingesetzt, wo alle 2 bzw. 4 Rollen beheizt sind. Im allgemeinen sind nur die Trockner-/Fixierrollen dampfbeheizt oder elektrisch beheizt, während die Beilaufrollen vornehmlich zur Erhöhung der Kontaktzeit dienen. Alle Rollen sind so angeordnet, daß sie sowohl höhen- als auch seitenverstellbar sind, um einen optimalen Fadenlauf zu erreichen. Länge und Durchmesser der Rollen richten sich nach dem Aufbau der Naßspinnleinrichtung. Ihre Maße sollen so dimensioniert sein, daß eine gute Bedienbarkeit durch das Personal gewährleistet ist.

Die Verbesserung der Spinnleistung pro Düse um mindestens 50% gegenüber dem Stand der Technik wird zum einen durch eine Erhöhung der Spinngeschwindigkeit erzielt und zum anderen kann man auch durch Verdopplung der Anzahl der Düsen pro Fällbad eine Leistungssteigerung um mindestens 100% erzielen. Bei den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren ist eine solche Leistungssteigerung nicht möglich, weil man bei der erforderlichen Kontaktzeit von mindestens 3 Sek. pro Faden die Fläche bzw. Länge der Rollen nicht beliebig vergrößern kann, ohne die vorhandene Geometrie zu verlassen und damit die Bedienbarkeit der Anlage zu erschweren. Im Laufe von Optimierungsversuchen wurde gefunden, daß man in einem Fällbad von 1000 mm Länge und 400 mm Breite bevorzugt bis zu 4 Düsen nebeneinander unterbringen kann, um für die gesamte Titerpalette eine ausreichend gute Fixierung der Elastanfäden bei der angegebenen hohen Produktionsgeschwindigkeit zu erhalten. Die hohe Leistungssteigerung beim erfundungsgemäßen Verfahren ist nur deshalb möglich, weil man die Elastanfäden bei sehr hohen Temperaturen, vorzugsweise bei 200°C und mehr, fixiert sowie über mindestens zwei beheizte Rollen führt.

Neben dem Einsatz von mindestens zwei beheizten Rollen sind jedoch andere Vorkehrungen zu treffen, damit sich die für einen Naßspinnprozeß bisher nicht bekannte hohe Spinngeschwindigkeit von über 100 m/min und mehr realisieren läßt. So muß beispielsweise die Umlenkrolle am Ende des Fällbades knapp oberhalb der Fällbadflüssigkeit angeordnet sein, wodurch ein großer Teil der durch die Elastanfäden mitgeschleppten Feuchte- und Lösungsmittelmenge in das Fällbad zurückfließt. Ferner werden durch die Position der Rolle knapp oberhalb der Fällbadflüssigkeit Turbulenzen, die infolge der hohen Spinngeschwindigkeiten der Elastanfäden auftreten können, weitestgehend vermieden.

Eine weitere wichtige Voraussetzung für das erfundungsgemäße Verfahren zur Anhebung der Spinnleistung pro Düse um mindestens 50% ist die Anbringung einer Abquetschrolle an einer Rolle der Waschvorrichtung. Infolge der hohen Fadengeschwindigkeiten weisen die Fäden einen Feuchte- und Lösungsmittelgehalt nach dem Verlassen des Fällbades auf, der bis weit über 100 Gew.-%, bezogen auf den Elastan-Feststoff, liegen kann. Derartig mit Feuchte beladene Fäden lassen sich nicht mehr ohne Abrisse und Wickelbildungen auf den Rollen fixieren. Die Fäden platzen infolge zu hoher Feuchte beim Verdampfungsprozeß auf den Rollen weg. Im erfundungsgemäßen Verfahren eingeführte Abquetschrolle, die in ihrer Breite bevorzugt so bemessen ist, daß sie lediglich die Fäden abquetscht, die die letzte Rolle der Waschvorrichtung in Richtung Fixierschritt verlassen, wird dieser Vorgang verhindert, so daß sich eine Produktionsgeschwindigkeit von weit über 100 m/min realisieren läßt.

Die Abquetschrolle hat bevorzugt einen Härtegrad von 60 bis 80 Shore und wird bevorzugt mit einem Anpreßdruck von mindestens 1,5 N/cm Rollenbreite gefahren.

Bei der hohen Produktionsgeschwindigkeit der Elastanfäden, insbesondere bei einer Geschwindigkeit oberhalb von 120 m/min tritt vermehrt Spritzwasser in der Umgebung der Waschvorrichtung auf. Die Abgabe von Spritzwasser an die Umgebung kann dadurch vermieden werden, daß in einem bevorzugten Verfahren eine Vorrichtung verwendet wird bei der die gesamte Waschvorrichtung nach Anlauf der Anlage durch eine Haube vollkommen abgekapselt wird.

In den Spinnbädern lassen sich in der Regel ein bis mehrere Spinndüsen unterbringen, aus denen die Elastan-Spinnlösung versponnen wird. Die Anzahl der Spinndüsen pro Fällbad richtet sich unter anderem auch nach der Arbeitsbreite der Wasch-, Trocknungs- und Fixierrollen.

Ein weitere Möglichkeit in einer bevorzugten Variante des erfundungsgemäßen Verfahrens die Spinnleistung deutlich anzuheben besteht darin, die Elastanfäden nach dem Waschen zu verstrecken und gleichzeitig den Elastomerfeststoffausstoß pro Düse entsprechend dem Streckverhältnis zu erhöhen.

Wie in der Fig. 2 dargestellt, gibt es mehrere grundsätzliche Möglichkeiten, einen Streckvorgang im Zuge des Fadenherstellprozesses zu realisieren.

Eine Verstreckung der Elastanfäden kann z. B. zwischen der Waschvorrichtung und einer ersten Wärmebe-

handlungs- bzw. Fixierstufe (Möglichkeit A; siehe Rollenpaare 5, 6 und 8, 9), zwischen der ersten und einer zweiten Wärmebehandlungs- bzw. Fixierstuf (Möglichkeit B; siehe Rollenpaare 8, 9 und 10, 11) oder sowohl zwischen Waschvorrichtung und erster als auch zwischen erster und zweiter Wärmebehandlungs- bzw. Fixierstuf (Möglichkeit C; siehe Rollenpaare 5, 6, 8, 9 und 10, 11 in Fig. 2) durchgeführt wird. Wie die Versuchsbeispiele zeigen, führen alle 3 Möglichkeiten zu einer deutlichen Leistungssteigerung. In Kombination mit einer höheren Spinngeschwindigkeit läßt sich eine Leistungssteigerung von 100% und mehr realisieren.

Bei Versuchen hat sich gezeigt, daß die Temperatur auf den Rollen 8 und 9 (vgl. Fig. 2) insbesondere deutlich über 100°C, vorzugsweise über 150°C, liegen sollte, um entsprechend gute Fadendaten zu erhalten (vgl. Tabelle 4). Dies gilt für alle genannten Streckmöglichkeiten.

Weitere bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind den Unteransprüchen zu entnehmen.  
Die Spinnleistung pro Düse läßt sich aus dem Gesamtspinnriter GST (dtex) wie folgt berechnen:

$$L \text{ (g/h)} = \frac{GST \text{ (dtex)} \times Spinnabzug \text{ (m/min)} \times 60}{10000}$$

Umrechnungsfaktoren für die Tabelle 3 sind:

1 den entspricht 1,11 dtex; 1 yard entspricht 0,914 m; 1 feet entspricht 0,304 m und 1 g/den entspricht 8,82 cN/tex.

Die folgenden Beispiele dienen der näheren Erläuterung der Erfindung, ohne sie selbst einzuschränken. Prozentangaben beziehen sich, falls nicht anders vermerkt, auf das Gewicht.

Die Bestimmung der Fadenfestigkeit (in dN/dtex) und der Höchstzugkraftdehnung (in %) erfolgte in Anlehnung an die Norm DIN 53 815.

Unter Spinngeschwindigkeit im Sinne der Erfindung wird diejenige Geschwindigkeit verstanden, mit der der Faden aus dem Fällbad abgezogen wird.

Die Erfindung wird im folgenden anhand der Figuren beispielhaft näher erläutert.

Hierbei zeigen:

Fig. 1a bis 1d 4 Kombinationen von beheizten Rollen 8, 9, 10 bzw. 11 bzw. unbeheizten Beilaufrollen 14, 15 zur Trocknung/Fixierung der Fäden;

Fig. 2 ein Schema einer im bevorzugten Verfahren eingesetzten Spinnvorrichtung.

#### Beispiel 1

Eine 30 Gew.-%ige Elastan-Spinnlösung hergestellt entsprechend Beispiel 7 aus der DE-OS 42 22 772, die mit 0,8% Diethylamin ca. 10 Minuten bei 130°C vorbehandelt wurde und eine Spinnviskosität von 21 Pa·s gemessen bei 70°C aufwies, wurde aus einer 60-Lochdüse 1 mit 0,13 mm Bohrungsdurchmesser in ein Fällbad 3 mit 10%iger DMAc-Wasserlösung gesponnen. Die Fällstrecke betrug 460 mm und die Fällbadtemperatur lag bei 85°C. Die Fäden 2 wurden über eine Umlenkrolle 4, die knapp oberhalb der Fällbadflüssigkeit lag, mit 120 m/min abgezogen, koalesziert und anschließend im Waschbad 16 mit zwei Rollen 5, 6 durch 6faches Umschlingen der beiden Waschrollen 5, 6 gewaschen, was einer Verweilzeit von ca. 3 Sekunden entspricht. Nach dem Anlegen der Fadenschar wurde eine Abquetschrolle 7, die lediglich die Elastanfäden anpreßt, welche die Waschrolle 6 in Richtung der Trockner-Fixierrollen 8, 9 verlassen, an die obere Waschrolle 6 angelegt. Der Anpreßdruck der Abquetschrolle 7 lag bei 10 N. Die Waschbadtemperatur betrug 95°C. Die Abquetschrolle hat einen Härtegrad von 70 Shore und einen Anpreßdruck von 2 N/cm Rollenbreite. Der Anpreßdruck läßt sich durch Auflage verschiedener Kontergewichte regulieren. Anschließend wurde die gesamte Waschvorrichtung durch eine Haube, die lediglich einen Schlitz für die die Wäsche verlassenden Fäden aufweist, abgekapselt. Die verzweigten Fäden wurden anschließend über zwei beheizte Rollen 8, 9 durch 18faches Umschlingen der beiden beheizten Rollen, nach Fig. 1b, gefahren und bei etwa 240°C behandelt, was einer Kontaktzeit von ca. 6 Sekunden entspricht. Anschließend wurde der verzweigte Faden präpariert und auf einen Wickler aufgespult. Der Faden vom Titer 462 dtex hatte eine Fadenfestigkeit von 0,75 cN/dtex und eine Dehnung von 632%. Die Spinnleistung pro Düse lag bei 332,6 (g/h). Im Vergleich zum Beispiel 3 der Patentschrift US 3 526 689 (siehe auch Tabelle 3), wo nur eine Spinnleistung pro Düse von 210,7 g/h erzielt wurde, beträgt die Leistungssteigerung 58%.

In der Tabelle 1 sind für weitere Beispiele im Titerbereich von 22 bis 1684 dtex die entsprechenden Spinn- und Fadendaten sowie die Spinnleistungen pro Düse (g/h) aufgeführt. In allen Fällen wurden die Fäden, wie in Beispiel 1 beschrieben, über 2 Rollen bei 240°C behandelt. Da je nach Titer der Elastanfäden unterschiedliche Fadenmengen über die beiden Rollen geschickt wurden (22 dtex entsprechen einer Leistung pro Düse von 144 g/h; 1684 dtex entsprechen einer Leistung pro Düse von 606,2 g/h; vgl. Tabelle 1) wurde die Anzahl der Umschlingungen sowohl in Abhängigkeit von der jeweiligen Spinngeschwindigkeit als auch vom Titer der Elastanfäden so variiert, daß die in der Tabelle 1 angegebenen Kontaktzeiten von 3 bis 18 Sekunden eingehalten wurden.

Wie ein Vergleich zwischen Tabelle 1 und Tabelle 3 zeigt, werden für die Titer 160, 435 und 650 dtex (vgl. Tabelle 1, Beispiele A2 bis A4) in allen Fällen eine über 50% höhere Spinnleistung pro Spindüse gegenüber dem Stand der Technik erzielt (vgl. Tabelle 3, Beispiele C1, C2 und C4).

#### Beispiel 2

Eine 30%ige Elastan-Spinnlösung hergestellt wie nach Beispiel 1 wurde aus vier 60-Lochdüsen 1 mit 0,13 mm Bohrungsdurchmesser, die nebeneinander angeordnet waren, in ein 400 mm breites Fällbad 3 gesponnen. Die

Fällstrecke betrug 460 mm. Die Fällbadkonzentration war 12% DMAC in Wasser und die Fällbadtemperatur lag bei 80°C. Die Fäden wurden, wie in Beispiel 1 beschrieben, mit 120 m/min abgezogen, gewaschen, anschließend über 2 Trocknerrollen 8, 9 nach Fig. 1b, gefahren und durch 18faches Umschlingen der beiden Trocknerrollen 8, 9 bei 250°C fixiert. Die Verweilzeit beim Fixieren betrug wiederum ca. 6 Sekunden. Die vier verzwirnten Fäden wurden dann präpariert und einzeln aufgespult. Die Fäden vom Titer 468 dtex hatten eine Fadenfestigkeit von 0,70 cN/dtex und eine Dehnung von 614%. Die Spinnleistung pro Düse lag bei 337 (g/h); Leistungssteigerung pro Spinndüse beträgt +60% im Vergleich zu Beispiel C3 aus US 3 526 689 (siehe Tabelle 3). Bei Verwendung von 4 statt z. B. 2 Spinndüsen in einem 400 mm breiten Fällbad beträgt die Leistungssteigerung pro Fällbad 320%.

5

10

## Beispiel 3

a) Eine 30%ige Elastan-Spinnlösung hergestellt wie nach Beispiel 1 wurde, wie dort beschrieben, aus einer 60-Lochdüse 1 versponnen und gewaschen. Der verzwirnte Elastanfaden wurde anschließend über 2 Trocknerrollen 8, 9, wie in Beispiel 1 angegeben, fixiert. Die Trocknertemperatur betrug 185°C. Der Faden vom Titer 465 dtex hatte nur eine Fadenfestigkeit von 0,37 cN/dtex bei einer Dehnung von 574%.  
 b) Der Elastanfaden nach Beispiel 3a wurde, wie dort beschrieben, hergestellt, die Fixierzeit auf den beiden Trocknerrollen 8, 9 jedoch durch 44faches Umschlingen der beiden Trocknerrollen 8, 9 von ca. 6 Sekunden auf ca. 14 Sekunden bei 185°C Trocknertemperatur erhöht. Der Faden vom Titer 465 dtex hatte nur eine Festigkeit von 0,46 cN/dtex und eine Dehnung von 584%.

15

20

In der Tabelle 2 sind für den Titer 160 dtex verschiedene Fixiermöglichkeiten aufgeführt. Der Elastanfaden wurde nach den Angaben von Beispiel A2, Tabelle 1, aus einer 22-Lochdüse hergestellt. Die Spinngeschwindigkeit betrug 81 m/min.

Wie aus der Tabelle 2, Beispiel B5, hervorgeht, wird für den Titer 160 dtex bei 190°C Fixiertemperatur nur eine Festigkeit von 0,67 cN/dtex erreicht. Die Festigkeit steigt auf 0,81 cN/dtex bei 200°C Fixiertemperatur an (vgl. Beispiel Nr. B6). Wie Beispiel B3 der Tabelle 2 zeigt, tritt ein Festigkeitsverlust bei zu langer Fixierzeit auf. Wie die Beispiele B7 und B8 der Tabelle 2 zeigen, werden sowohl bei einer Anordnung der Trocknerrollen vergleichbar Fig. 1b, als auch vergleichbar Fig. 1 c, ausreichend hohe Festigkeiten der Elastanfasern erreicht.

25

30

## Beispiel 4 (Verstreckungsmöglichkeit A, siehe Fig. 2)

Eine 30%ige Elastan-Spinnlösung, hergestellt wie nach Beispiel 1, wurde aus vier 60-Lochdüsen 1 mit 0,13 mm Bohrungsdurchmesser wie in Beispiel 2 beschrieben, in einem Fällbad 3 gesponnen. Die Fällbadkonzentration war 15% DMAC in Wasser und die Fällbadtemperatur lag bei 75°C. Die Fäden 2 wurden mit 70 m/min über eine Umlenkrolle 4, die knapp oberhalb der Fällbadflüssigkeit angeordnet ist, abgezogen und durch 6faches Umschlingen der Waschrollen 5 und 6 bei 95°C und 71,5 m/min Geschwindigkeit gewaschen.

35

Anschließend wurden die Fäden nach Verlassen des Waschbades über eine Anpreßrolle 7 abgequetscht und durch mehrfaches Umschlingen der beheizten Rollen 8 und 9 bei 130°C und einer Transportgeschwindigkeit von 143 m/min getrocknet und 1 : 2fach verstreckt sowie auf den Rollen (10 und 11) bei 143 m/min Geschwindigkeit unter Spannung bei 250°C nachfixiert. Die Kontaktzeit der Fäden auf den Rollen 8 und 9 betrug 10 Sekunden und auf den Rollen 10 und 11 3 Sekunden. Die Fäden wurden anschließend in einer Präparationsvorrichtung 12 mit einem ölhaltigen Auftrag versehen und auf einer Wickelvorrichtung 13 zu Spulen aufgewickelt.

40

Die erhaltenen Fäden vom Titer 166 dtex hatten eine Fadenfestigkeit von 0,87 cN/dtex und eine Dehnung von 577%. Die Spinnleistung pro Düse lag bei 142 (g/h). Die Leistungssteigerung pro Spinndüse beträgt +65% im Vergleich zu Beispiel C1 aus US 3 526 689 (siehe Tabelle 3).

45

## Beispiel 5 (Verstreckungsmöglichkeit B)

50

Eine 30%ige Elastan-Spinnlösung, hergestellt nach Beispiel 4, wurde, wie dort beschrieben, zu Elastanfäden versponnen und gewaschen. Die Fadengeschwindigkeit beim Waschvorgang betrug wiederum 71,5 m/min.

Nach dem Waschprozeß wurden die Fäden über eine Anpreßrolle 7 abgequetscht und durch mehrfaches Umschlingen der beiden beheizten Rollen 8 und 9 bei 150°C und einer Geschwindigkeit von 73 m/min getrocknet. Anschließend wurden die Fäden über die beheizten Rollen 10 und 11 bei einer Transportgeschwindigkeit von 146 m/min mehrfach umschlungen und bei 230°C 1 : 2fach verstreckt und fixiert. Die Kontaktzeit auf den Rollen 8 und 9 betrug 19 Sekunden und auf den Rollen 10 und 11 rund 8 Sekunden. Dann wurden die Fäden, wie in Beispiel 4 beschrieben, präpariert und aufgespult. Die erhaltenen Fäden vom Titer 170 dtex hatten eine Fadenfestigkeit von 0,81 cN/dtex und eine Dehnung von 521%. Die Spinnleistung pro Düse lag bei 149 (g/h). Die Leistungssteigerung pro Spinndüse beträgt +72% im Vergleich zu Beispiel C1 aus US 3 526 689 (siehe Tabelle 3).

55

60

## Beispiel 6 (Verstreckungsmöglichkeit C)

65

Ein 30%ige Elastan-Spinnlösung, hergestellt nach Beispiel 4, wurde, wie dort beschrieben, zu Elastanfäden versponnen und gewaschen. Die Fadengeschwindigkeit beim Waschvorgang betrug wiederum 71,5 m/min. Nach dem Waschprozeß wurden die Fäden über eine Anpreßrolle 7 abgequetscht und durch mehrfaches Umschlingen der beiden beheizten Rollen 8 und 9 bei 200°C und einer Geschwindigkeit von 143 m/min getrocknet und 1 : 2fach verstreckt. Anschließend wurden die Fäden bei 210 m/min und 250°C Trocknertemperatur auf den Rollen 10 und 11 mehrfach umschlungen und 1 : 1,46fach nachverstreckt. Die Kontaktzeit der Fäden auf den

# DE 195 04 316 C1

Rollen 8 und 9 betrug 15 Sekunden und auf den Rollen 10 und 11 6 Sekunden. Die gesamte Verstreckung betrug 300%. Die erhaltenen Fäden vom Titer 172 dtex hatten eine Fadenfestigkeit von 1,05 cN/dtex und eine Dehnung von 519%; Die Spinnleistung pro Düse lag bei 217 (g/h). Die Leistungssteigerung pro Spindeldüse beträgt + 151% im Vergleich zu Beispiel C1 aus US 3 525 689 (sieh auch Tab. IIe 3).

5 In der Tabell 4 sind für den Titer 160 dtex weitere Beispiele für die verschiedenen Streckmöglichkeiten A, B und C (siehe Fig. 2) aufgeführt. Die Elastanfäden wurden nach den Angaben von Beispiel 4 aus vier 60-Lochdüsen gesponnen. Die Spinngeschwindigkeit lag in allen Fällen bei 70 m/min und die Fadengeschwindigkeit beim Waschen bei 71,5 m/min.

10 Wie aus der Tabelle 4 hervorgeht, lassen sich mit allen 3 Streckvarianten Leistungssteigerungen um mindestens 60% bis 160% und mehr erreichen.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 1

Beisp. Nr.	Titer (dtex)	Düse Lochz./Bohr.	Geschw. (m/min)	Kontaktzeit mit Rollen (sec)	Leistung/Düse (g/h)	Leistungssteigerung (%) gegenüber Tabelle 3	Festigkeit (cN/dtex)	Dehnung (%)
A1	22	6 / 0,13	150	3	144	-	0,93	574
A2	160	22 / 0,13	140	3	134,4	67	0,95	640
A3	435	60 / 0,13	140	6	365,4	51	0,71	587
A4	650	60 / 0,13	100	12	190	65	0,63	599
A5	864	60 / 0,13	100	14	518,4	-	0,53	565
A6	1684	128 / 0,13	60	18	606,2	-	0,5	647

Spinnleistung pro Düse (g/h)

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65

Tabelle 2

Beisp. Nr.	Anordnung nach Fig.	Anzahl Trocknetrolle	Rollentemperatur		Kontaktzeit (sec)		Titer (dtex)	Festigkeit (cN/dtex)	Dehnung (%)
			Rollen-Nr. 8+9	Rollen-Nr. 10+11	Nr. 8+9	Nr. 10+11			
B1	1d	4	215	225	3	3	159	0,48	537
B2	"	"	"	"	6	6	143	0,95	640
B3	"	"	"	"	33	33	131	0,68	752
B4	"	"	225	240	3	3	157	0,91	629
B5	"	"	190	190	22	22	145	0,67	574
B6	"	"	200	200	22	22	142	0,81	596
B7	1b	2	250	-	3	-	151	0,93	652
B8	1c	2	250	-	3	-	158	0,88	657

Fixierversuche Elastanfäden 160 dtex

Tabelle 3

Beisp. Nr.	Titer (dtex)	Düse (Lochz/Bohr.)	Geschwindigkeit (m/min)	Leistung/Düse (g/h)	Festigkeit (cN/dtex)	Dehnung (%)
C1	157	30 / 0,1	91,5	86,2	0,55	550
C2	440	80 / 0,1	91,5	241,6	0,61	610
C3	462	80 / 0,1	76	210,7	0,59	690
C4	645	120 / 0,16	61	236,1	0,67	675

Spinnleistung pro Düse (g/h) nach US-PS 3.526.689

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65Tabelle 4

Beispiel-Nr.	Streck-mögl.	Geschwindigkeit (m/min)		Temperatur (°C)		Kontaktzeit (sek.)		Streckgrad	Leistung/ Düse (kW)	Leistungsr. gering % gegenüber Tab. 3	Toler. (durch) (σN/dex)	Dehnung (%)
		Rolle 8/9	Rolle 10/11	Rolle 8/9	Rolle 10/11	Rolle 8/9	Rolle 10/11					
D1	A	143	143	95	200	12	14	1:2,0	143	66	167	0,41
D2	A	143	143	150	250	10	3	1:2,0	142	65	166	0,88
D3	A	143	143	180	230	12	5	1:2,0	146	69	170	1,03
D4	B	73	143	170	230	16	8	1:2,0	147	70	171	0,93
D5	B	73	186	200	230	17	7	1:2,65	184	113	165	1,11
D6	B	73	224	200	250	17	7	1:3,2	224	160	167	1,14
D7	C	143	172	180	230	12	6	1:2,0 + 1:1,2	170	97	165	0,88
D8	C	107	160	180	230	14	8	1:1,5 + 1:1,5	165	93	173	0,9

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung mehrfädiger, naßgespinnener Elastanfäden mit den Schritten: Spinnen einer bis 35 g w.-%igen Elastanlösung in in Fällbad, Waschen, gegebenenfalls Strecken, Trocknen, Fixieren, gegebenenfalls Präparieren und Wickeln der Fäden bevorzugt für den Titerbereich bis 2500 dtex, wobei die Verfahrensschritt Strecken, Fixieren und Präparieren untereinander vertauscht sein können, bei einer Spinngeschwindigkeit von bis zu 200 m/min und wobei die mehrfädigen Filamente beim Verlassen des Fällbades um eine Umlenkrolle geführt werden, die knapp oberhalb der Fällbadflüssigkeit angeordnet ist, dadurch gekennzeichnet, daß man 5

- a) die mehrfädigen Filamente vor Verlassen der Waschvorrichtung in Richtung Trocknung bzw. Fixierung mit einer Abquetschrolle von Schleppwasser befreit, die auf einer Rolle der Waschvorrichtung anliegt, 10
- b) die Trocknung bzw. Fixierung der Fäden über mindestens zwei Rollen vornimmt, wobei
- c) die Temperatur mindestens einer Rolle größer gleich 200°C und
- d) die Kontaktzeit zwischen Faden und beheizter Rolle, je nach Titer der Fäden und Temperatur, 15 mindestens 3 Sekunden beträgt.

2. Verfahren zur Herstellung von Elastanfäden nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Elastanfäden einen Endtiter von 22 bis 1680 dtex aufweisen. 20

3. Verfahren zur Herstellung von Elastanfäden nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Fixierung der Fäden über 2, vorzugsweise 4 Rollen vornimmt. 25

4. Verfahren zur Herstellung von Elastanfäden nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Fixiertemperatur von 220 bis 270°C, vorzugsweise von 240 bis 250°C verwendet. 30

5. Verfahren zur Herstellung von Elastanfäden nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Härte der Abquetschrolle beim Waschprozeß 60 bis 80 Shore und der Anpreßdruck der Rolle wenigstens 1,5 N/cm Rollenbreite beträgt. 35

6. Verfahren zur Herstellung von Elastanfäden nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Spinnlösungsmittel Dimethylacetamid und als Fällbadflüssigkeit ein Gemisch aus Wasser und Dimethylacetamid im Gewichtsverhältnis von 75 bis 95 Gew.-% Wasser zu 5 bis 25 Gew.-% DMAc verwendet wird. 40

7. Verfahren zur Herstellung von Elastanfäden nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Fixierung der Elastanfäden auf einem Rollenduett oder Rollenquartett vorgenommen wird, von denen mindestens zwei Rollen beheizt sind. 45

8. Verfahren zur Herstellung von Elastanfäden nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß zur Fixierung der Elastanfäden ein Rollenduett oder ein Rollenquartett verwendet wird, bei dem alle Rollen beheizt sind. 50

9. Elastanfäden, hergestellt nach einem Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Fadenfestigkeit für Titer bis 480 dtex mindestens 0,7 cN/dtex und für Titer größer oder gleich 480 dtex mindestens 0,5 cN/dtex beträgt. 55

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine Verstreckung zwischen den Rollen der Waschvorrichtung und den Rollen der Fixier- bzw. Trockenvorrichtung vorgenommen wird, wobei der Streckgrad bis zu 200% beträgt. 60

11. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknung bzw. Fixierung b) über mindestens vier Rollen vorgenommen wird und die Fäden zwischen jeweils zwei Rollenduettts verstreckt werden, wobei der Streckgrad bis zu 300% beträgt. 65

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Fäden zusätzlich zwischen den Rollen der Waschvorrichtung und den Rollen der Fixierung/Trocknung b) verstreckt werden, wobei der Streckgrad jeweils bis zu 300% beträgt. 70

13. Naßgespinnene Elastanfäden erhältlich aus einem Verfahren nach den Ansprüchen 1–12, dadurch gekennzeichnet, daß sie bei einem Streckgrad von mindestens 200% gestreckt sind und eine Fadenfestigkeit von mindestens 1,0 cN/dtex bei einer Reißdehnung von mindestens 500% aufweisen. 75

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

- L   rs it -

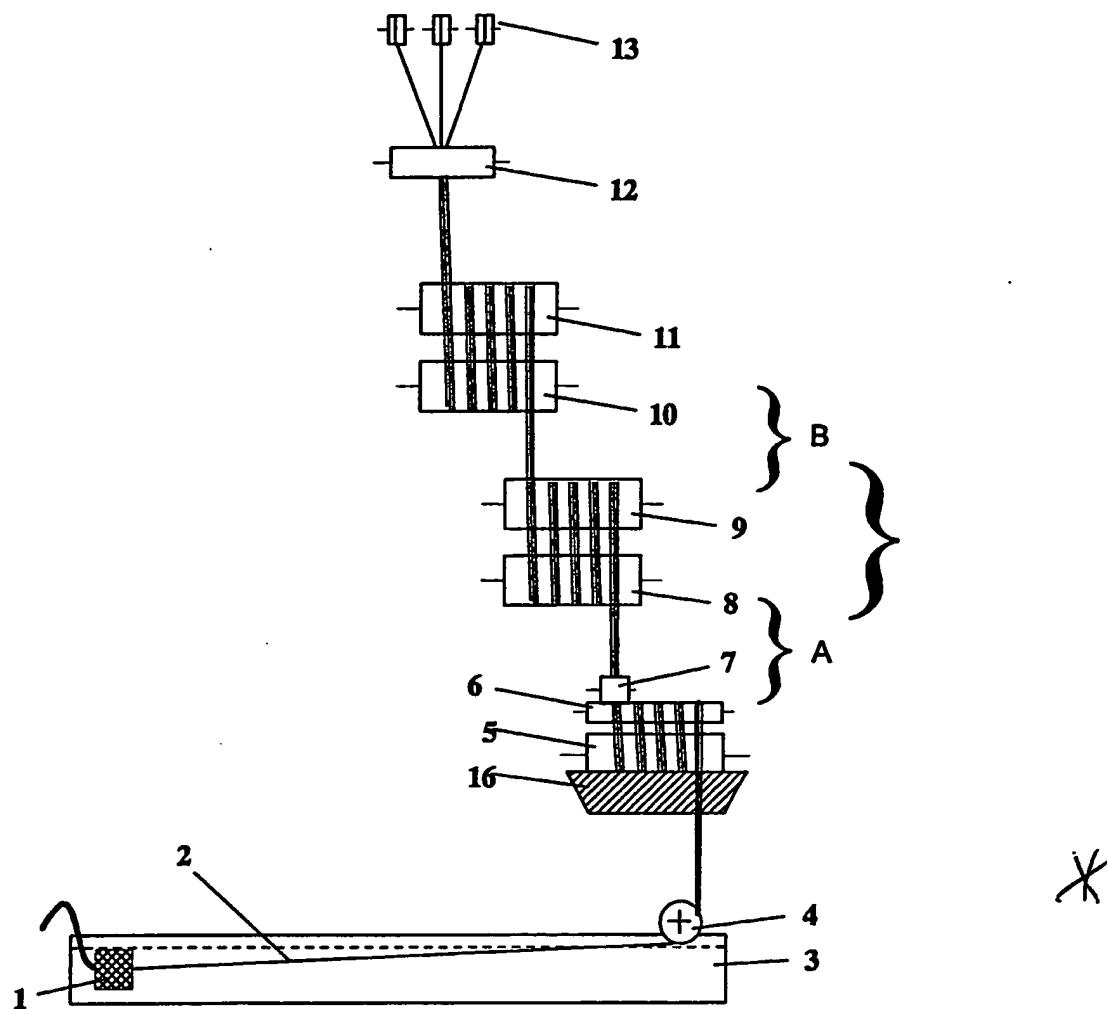


Fig. 2

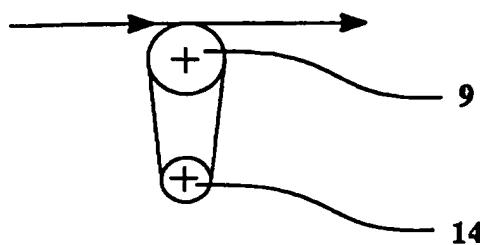


Fig. 1a

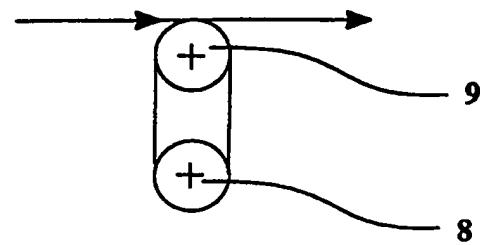


Fig. 1b

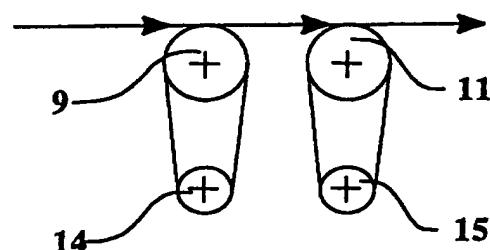


Fig. 1c

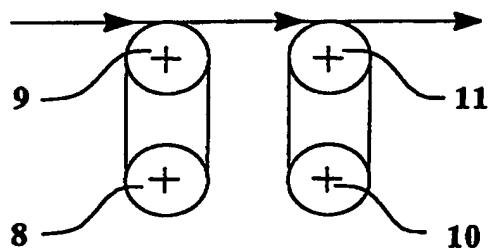


Fig. 1d

PUB-NO: DE019504316C1  
DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 19504316 C1  
TITLE: Multi-filament elastane threads  
reliably wet-spun at higher speeds  
PUBN-DATE: August 1, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
REINEHR, ULRICH DIPL CHEM DR	DE
TUERCK, GUENTER DIPL CHEM DR	DE
SEHM, TILO DIPL ING	DE
ANDERHEGGEN, WOLFGANG DIPL ING	DE
HERBERTZ, TONI	DE
ANTOLINI, GINO DIPL CHEM DR	IT

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
BAYER FASER GMBH	DE

APPL-NO: DE19504316

APPL-DATE: February 10, 1995

PRIORITY-DATA: DE19504316A ( February 10, 1995)

INT-CL (IPC): D01D005/06

EUR-CL (EPC): D01F006/70

ABSTRACT:

A prodn. process for multi-filament wet-spun elastane threads has the following steps: spinning of 35% by weight elastane soln. in a coagulating bath, washing and if necessary drawing out, drying, setting, oiling and winding

thread pref. for titre to 2500 dtex. Drawing, setting and oiling stages can be interchanged one with another, spinning speed is to 200 m per minute and the many filaments, on leaving the coagulating bath, are led over a direction changing roller which is placed just above the fluid surface of the bath. The following conditions hold: (a) before the filaments leave the washing appts. for drying or setting, a roller applied to one of the wash rollers squeezes out entrained water; (b) drying, setting is carried out by at least two rollers; (c) one at least being at a temp. greater than 200 deg C; and (d) the time when thread is in contact with it depends on its titre but is 3 seconds at least. Also claimed is elastane thread mfd. as above with a degree of stretch from at least 200%, a strength of 1.0 cN per dtex min. and break elongation of 500% min.